

Statistické úvahy k normovaným metodám verifikace zkušebních aparatur pro stanovení PTCH

Statistical Consideration about the Standard Methods of Test Apparatus Verification for the Fire Technical Characteristics Determination

Ing. Otto Dvořák, Ph.D.

Praha

ottodvorak@centrum.cz

Abstrakt

V platných zkušebních normách pro stanovení např. požárně technických charakteristik jsou specifikovány mj. metody verifikace správné funkce zkušební aparatury. Příspěvek je statistickou úvahou ke správnosti těchto metod používajících znalost míry opakovatelnosti r a reprodukovatelnosti R stanovených kruhovou zkouškou (mezilaboratorními porovnáními).

Klíčová slova

Opakovatelnost, reprodukovatelnost, mez opakovatelnosti, mez reprodukovatelnosti, zkušební metoda, výsledek zkoušky, verifikace, zkušební zařízení.

Abstract

Methods of verification of the correct function of the test apparatus are specified apart from other things. In valid test standards for determining e.g. the fire technical characteristics. The contribution is a statistical consideration about the trueness of these methods using knowledge of the repeatability limit r and reproducibility limit R determined by the round robin test (interlaboratory comparisons).

Keywords

Repeatability, reproducibility, repeatability limit, reproducibility limit, test method, test result, verification, test apparatus.

Úvod

Ve zkušebních normách pro stanovení např. požárně technických charakteristik jsou specifikovány shodnosti měření za podmínek opakovatelnosti a reprodukovatelnosti pomocí mezí opakovatelnosti r a reprodukovatelnosti R a dále postupy k verifikaci správné funkce zkušební aparatury na základě porovnání difference mezi korigovanými zkušebními výsledky, naměřenými na SRM nebo SMS látkách/materiálech, a jejich nominálními hodnotami, a to s tolerancí vyjádřenou v dotčených normách nerovností pomocí r a/nebo R .

Mezi opakovatelnosti, r se rozumí rozdíl mezi dvěma výsledky zkoušek, které byly získány stejným operátorem se stejným přístrojem za konstantních provozních podmínek u stejného zkušebního materiálu, by v dlouhodobém horizontu za normálního a správného provádění zkušební metody překročil hodnotu uvedenou v normě pouze v jednom případě z dvaceti, např.:

$$r = 1,4 \text{ } ^\circ\text{C} \text{ (čl. 13.2, ČSN EN ISO 13769[1])}$$

Mez reprodukovatelnosti, R je definována jako rozdíl mezi dvěma jednotlivými a nezávislými výsledky zkoušek, získanými různými operátory pracujícími v různých laboratořích se stejným zkušebním materiálem, by v dlouhodobém horizontu za normálního

a správného provádění zkušební metody překročil hodnotu ve vzorci (3) pouze v jednom případě z dvaceti, např.:

$$R = 3,2 \text{ } ^\circ\text{C} \text{ (čl. 13.3, ČSN EN ISO 13769[1])}$$

Výše citovaná norma požaduje provést verifikaci po zakoupení zk. aparatury a následně pravidelně k ověření její správnosti/nepoškození buď:

- jednou zkouškou realizovanou na CRM a SWS s tím, že rozdíl mezi jedním výsledkem a certifikovanou hodnotou CRM nebo vztahnou hodnotou SWS má být v následující toleranci:

$$x - \mu \leq R / \sqrt{2} \quad (1)$$

kde

- x výsledek zkoušky,
- μ certifikovaná hodnota CRM nebo vztahná hodnota SWS,
- R mez reprodukovatelnosti zkušební metody,

- nebo n -krát opakovanými zkouškami realizovanými na CRM nebo SWS; rozdíl mezi průměrem z n výsledků a certifikovanou hodnotou CRM nebo vztahnou hodnotou SWS má být v následující toleranci:

$$|\bar{x} - \mu| \leq R_1 / \sqrt{2} \quad (2)$$

kde

- \bar{x} aritmetický průměr výsledků opakovaných zkoušek,
- μ certifikovaná hodnota CRM nebo vztahná hodnota SWS,
- R_1 se rovná výrazu daným vzorcem (3):

$$R_1 = \sqrt{[R^2 - r^2(1 - 1/n)]} \quad (3)$$

kde

- R mez reprodukovatelnosti zkušební metody,
- r mez opakovatelnosti zkušební metody,
- n počet opakovaných zkoušek provedených na CRM nebo SWS.

Otázkou je, jak statisticky správné jsou výše uvedené nerovnosti, viz následující text.

Statistický model

Chybu výsledku stanovení lze definovat jako rozdíl mezi výsledkem a skutečnou/referenční hodnotou měřené veličiny, tj. podle rovnice:

$$X - \mu = \xi + e \quad (4)$$

kde

- X výsledek stanovení,
- μ skutečná/referenční hodnota měřené veličiny,
- ξ chyba způsobená odchylkou od definovaných zkuš. podmínek,
- e náhodná chyba, která vzniká i za dodržení podmínek opakovatelnosti.

Rozptyl celkové chyby ($X - \mu$) označme σ^2 se rovná součtu rozptylu ξ , a rozptylu e podle rovnice:

$$\sigma^2 = \sigma_{\xi}^2 + \sigma_e^2 \quad (5)$$

kde

- σ^2 celkový rozptyl za podmínek reprodukovatelnosti,
- σ_{ξ}^2 složka celk. rozptylu reprezentující variabilitu nekontrolovatelných faktorů,
- σ_e^2 rozptyl za podmínek opakovatelnosti.

Těmto složkám celkového rozptylu odpovídají příslušné mezní hodnoty reprodukovatelnosti R a opakovatelnosti r . Jestliže R a r jsou známy z kruhových zkoušek (byly určeny např. při validaci návrhu zkušební metody), dotčená zk. norma žádá, aby dvě měření X_1 a X_2 , naměřená za podmínek:

1. **opakovatelnosti** splňovala s pravděpodobností 0,95 toto kritérium:

$$|X_1 - X_2| \leq r \quad (6)$$

Pokud by difference byla větší než r , tj. dle rovnice (7), považovali bychom naměřené hodnoty za zatížené nadměrnou chybou (za „neopakovatelné“).

$$|X_1 - X_2| > r \quad (7)$$

2. **reprodukovatelnosti** splňovala následující kritérium opět s pravděpodobností 0,95:

$$P((X_1 - X_2) \leq R) = 0,95 \quad (8)$$

Pokud by difference byla větší než R dle rovnice (8), považovali bychom opět naměřené hodnoty za zatížené nadměrnou chybou (za „nereprodukovatelné“).

$$|X_1 - X_2| > R \quad (9)$$

Pokud jsou k dispozici referenční/nominální hodnoty μ měřené veličiny, např. CRM nebo SWS materiálů, potom bychom k ověření např. „reprodukovatelnosti“ výsledků nepotřebovali dvojici hodnot X_1 a X_2 ; stačilo by jedno měření/jeden výsledek, ale musela by být splněna následující kritérium:

$$P(X) \leq R / \sqrt{2} = 0,95 \quad (10)$$

(vztah vyplývá ze zákonů matematické statistiky)

Pokud známe referenční hodnoty μ měřené veličiny a máme možnost stanovení opakovat, můžeme realizovat stanovení buď:

- a) **n-krát za podmínek opakovatelnosti** (stejný den, v téže laboratoři, na stejné aparatuře, se stejnou obsluhou),
- b) nebo **n-krát za podmínek reprodukovatelnosti** (např. v n různých laboratořích, jinou dobu, na aparatuře od jiného výrobce, samozřejmě s jiným personálem).

Ad a)

Volbou určité laboratoře, termínu měření, konkrétní obsluhy a zk. zařízení jsme si zvolili konkrétní systém podmínek opakovatelnosti. Potom celková chyba $(x - \mu)$ je rovna součtu chyby tohoto konkrétního systému ξ a aritm. průměru chyb \bar{e} za podmínek opakovatelnosti, tj.:

$$|\bar{x} - \mu| = \xi + \bar{e} \quad (11)$$

Tomu odpovídá rozptyl:

$$Var(\bar{x} - \mu) = Var(\xi) + Var(\bar{e}) \quad (12)$$

Protože z rovnice 5 výše platí, že $\sigma_{\xi}^2 = \sigma^2 - \sigma_e^2$ dosazením do rovnice (12) dostaneme:

$$Var(\bar{x} - \mu) = \sigma^2 - \sigma_e^2 + \sigma_e^2 / n = \sigma^2 - \sigma_e^2 (1 - 1/n) \quad (13)$$

Protože σ^2 a σ_e^2 jsou úměrné mezím reprodukovatelnosti R a opakovatelnosti r (ve stejném pořadí), lze rovnici (13) přepsat takto:

$$|\bar{x} - \mu| \leq \frac{1}{\sqrt{2}} \cdot \sqrt{[R^2 - r^2(1 - 1/n)]} \quad (14)$$

Tím jsme potvrdili platnost výše uvedených kritérií dle rovnic (2) a (3).

Dále je zřejmé, že nesplnění kritéria $|\bar{x} - \mu| \leq R_1 / \sqrt{2}$ signalizuje, že:

- a) buď zk. zařízení/metoda nesplňuje požadovanou mez reprodukovatelnosti, nebo,
- b) dotčená laboratoř pracuje s velkou systematickou chybou, případně že podmínky okolí byly výrazně odlišné od normálních podmínek, atp.

Ad b)

Normová zkušební metoda by mohla v příloze normy ještě doporučit další možnost zkušební laboratoře, jak si ověřit správnosti svého zkušebního zařízení a správnost provádění zkoušky a to mezi-laboratorním porovnáním s jinou laboratoří a se stejným zkuš. vzorkem, tj. za podmínek reprodukovatelnosti.

Potom by podle zákonů počtu pravděpodobnosti a matematické statistiky:

$$Var(\bar{x} - \mu) = Var(\xi + e) \cdot 1/n = \sigma^2 \cdot 1/n \quad (15)$$

s kritériem hodnocení:

$$|\bar{x} - \mu| \leq R / \sqrt{2n} \quad (16)$$

K výše uvedené rozvaze lze ještě doplnit:

- známe-li hodnoty x a μ na konkrétním zk. zařízení, potom by v průměru z mnoha opakování mělo platit že $|\bar{x} - \mu| = 0$,
- pokud $|\bar{x} - \mu| \neq 0$, zřejmě je na zařízení systematická chyba,
- když $|\bar{x} - \mu| > \xi$, a $P(|\bar{x} - \mu|) > \xi) = \alpha$
- když α je hladina významnosti,
- $\xi = 1,96 \cdot s$ při $\alpha = 0,05$
 $\xi = 1,64 \cdot s$ při $\alpha = 0,1$
atd, když s (resp. σ) je směrodatná odchylka náhodných chyb,
- pokud z opakovaných měření $|\bar{x} - \mu| > \xi$ (existuje systematická chyba), potom $\xi = 1,96 \cdot s/\sqrt{n}$. Výběrovou směrodatnou odchylku s lze odhadnout ze známého vzorce $s = \left(\frac{1}{(n-1)} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right)^{1/2}$,
potom je $\xi = t \cdot s/\sqrt{n}$, když koeficient t závisí na n a na α .

Závěr

Výše uvedenou rozvahou byla potvrzena platnost normových kritérií pro ověření/verifikaci správné funkce zkuš. zařízení dle výše uvedených vztahů (1), (2) a (3).

Podle názoru autora:

- přesnější ověření zk. zařízení skýtá mezi-laboratorní porovnání s jinou/ými laboratořemi a s vyhodnocením výsledků stanovení podle výše odvozených vztahů (15) a (16),
- tato možnost by se mohla doporučit při připomínkování revizi zkuš. norem formou doplňku již zavedené přílohy pro verifikaci zk. zařízení. Mohly by ji využívat i výzkumné laboratoře vyvíjející nové zkuš. metody a/nebo akreditované zkušební laboratoře či laboratoře se správnou laboratorní praxí [9, 10].

Pokud se pracuje s konkrétními hodnotami r a R , neměly by se označovat jako opakovatelnost a reprodukovatelnost, jak je to běžné v ČSN normách, ale správně jako meze opakovatelnosti a reprodukovatelnosti [7].

¹ Rozptyl náhodné veličiny X se ve statistice označuje často buď jako $Var(X)$ (variance X), $\sigma^2(X)$, $s^2(X)$, nebo $D(X)$.

Použitá literatura

- [1] ČSN EN ISO 13769 (65 6067):2013 *Stanovení bodu vzplanutí - Metoda v uzavřeného kelímku podle Abela.*
- [2] ČSN EN ISO 3679 (65 6018):2014 *Stanovení bodu vzplanutí - Rychlá rovnovážná metoda v uzavřeném kelímku.*
- [3] ČSN ISO 5725-1 (01 0251):1997 *Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 1: Obecné zásady a definice.*
- [4] ČSN ISO 5725-2 (01 0251):1997 *Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření.*
- [5] ČSN ISO 5725-3 (01 0251):1997 *Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 3: Mezilehlé míry shodnosti normalizované metody měření normalizované metody měření.*
- [6] ČSN ISO 5725-4 (01 0251):1997 *Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 4: Základní metody pro stanovení správnosti normalizované metody měření.*
- [7] ČSN ISO 3534-1 (01 0216):1994 *Statistika - Slovník a značky - Část 1: Obecné statistické termíny a termíny používané v pravděpodobnosti.*
- [8] ČSN ISO 3534-2 (01 0216):1994 *Statistika - Slovník a značky - Část 2: Aplikovaná statistika.*
- [9] Dvořák, O.: Možnosti statistického vyhodnocení výsledků laboratorních stanovení jakostních parametrů technických prostředků PO a hasiv pro potřeby certifikace. In *Požární ochrana 2005*. Ostrava: VŠB - TU Ostrava, 2005. s. 115-119. ISBN 80-86634-66-3.
- [10] Dvořák, O.: Equalizing the statistical or experimental fire protection data by the practically usable probability distributions. In *Security and Safety Management and Public Administration Conference*. Praha: Policejní akademie ČR, 2008.